BULLETIN du MUSÉUM NATIONAL d'HISTOIRE NATURELLE

PUBLICATION BIMESTRIELLE

sciences de la terre

30

N° 176 JUILLET - AOUT 1973

BULLETIN
du
MUSÉUM NATIONAL D'HISTOIRE NATURELLE
57, rue Cuvier, 75005 Paris

Directeur : Pr M. Vachon.
Comité directeur : Prs Y. Le Grand, C. Lévi, J. Dorst.
Rédacteur général : Dr. M.-L. Bauchot.
Secrétaire de rédaction : Mme P. Dupérier.
Conseiller pour l'illustration : Dr. N. Hallé.

Le *Bulletin du Muséum national d'Histoire naturelle*, revue bimestrielle, paraît depuis 1895 et publie des travaux originaux relatifs aux diverses branches de la Science.

Les tomes 1 à 34 (1895-1928), constituant la 1re série, et les tomes 35 à 42 (1929-1970), constituant la 2e série, étaient formés de fascicules regroupant des articles divers.

A partir de 1971, le *Bulletin* 3e série est divisé en six sections (Zoologie — Botanique — Sciences de la Terre — Sciences de l'Homme — Sciences physico-chimiques — Écologie générale) et les articles paraissent, en principe, par fascicules séparés.

S'adresser :

— pour les **échanges**, à la Bibliothèque centrale du Muséum national d'Histoire naturelle, 38, rue Geoffroy-Saint-Hilaire, 75005 Paris (C.C.P., Paris 9062-62) ;

— pour les **abonnements** et les **achats au numéro**, à la Librairie du Muséum 36, rue Geoffroy-Saint-Hilaire, 75005 Paris (C.C.P., Paris 17591-12 — Crédit Lyonnais, agence Y-425) ;

— pour tout ce qui concerne la **rédaction**, au Secrétariat du *Bulletin*, 57, rue Cuvier, 75005 Paris.

Abonnements pour l'année 1975

Abonnement général : France, 360 F ; Étranger, 396 F.
Zoologie : France, 250 F ; Étranger, 275 F.
Sciences de la Terre : France, 60 F ; Étranger, 66 F.
Écologie générale : France, 60 F ; Étranger, 66 F.
Botanique : France, 60 F ; Étranger, 66 F.
Sciences physico-chimiques : France, 15 F ; Étranger, 16 F.

International Standard Serial Number (ISSN) : 0027-4070

BULLETIN DU MUSÉUM NATIONAL D'HISTOIRE NATURELLE
3e série, nº 176, juillet-août 1973, Sciences de la Terre 30

Utilisation de techniques chimiques et physiques[1] dans le dégagement et le triage des fossiles de vertébrés

par Jean Braillon *

Résumé. — La méthode classique de dissolution des roches calcaires qui englobent des os et des dents de vertébrés par une solution d'acide acétique à 15 % entraîne des fissurations et des corrosions que des expériences sur des dents fossiles sacrifiées permettent de préciser. Elle est chère, ce qui limite son emploi. L'addition d'acide chlorhydrique du commerce à la solution riche en acétate de calcium, avec contrôle du pH, réduit beaucoup la dépense et améliore les résultats. Une étude chimique montre que la cause principale des altérations des fossiles est la dissolution du phosphate tricalcique qui est importante dans les solutions pures d'acide acétique. Cette dissolution est très fortement diminuée dans la méthode d'addition d'acide chlorhydrique à l'acétate de calcium par libération d'ions Ca^{++} dans la solution. Cette dissolution est supprimée par l'addition d'une petite quantité de poudre de phosphate tricalcique à la solution acide. L'imprégnation par le silicate de soude dilué améliore encore les résultats. Les fossiles dégagés ne sont pas suffisamment consolidés par les applications de vernis plastiques ; il faut y associer une imprégnation par le silicate de soude concentré. Dans les sables et argiles fossilifères, l'élimination successive des argiles, du sulfate de calcium, du carbonate de calcium, de la silice et des oxydes de fer permet une concentration du matériel fossilifère de plus de 99 %, ce qui permet la découverte de dents et d'os de petites espèces.

Le dégagement des os et des dents fossiles, contenus dans une roche calcaire, par une solution d'acide acétique à 20 % ou à 15 % a été signalé par Toombs en 1948. Cette méthode a été perfectionnée par Rixon qui a publié plusieurs travaux de 1949 à 1968. L'intérêt des méthodes chimiques est de permettre de dégager des os et des dents englobés dans une roche plus dure que les fossiles, même quand ces derniers sont extrêmement fragiles et de formes imprévues.

Le principe de la méthode paraît simple : la roche calcaire est immergée dans une solution d'acide acétique à 15 % ou d'acide formique à 10 %. Cette solution acide dissout le carbonate de calcium de la roche, elle dissout partiellement ou totalement le carbonate de calcium des os et des dents. Les os et les dents sont constitués principalement par du phosphate tricalcique qui est considéré comme insoluble. Ils conservent leur forme mais ils deviennent très fragiles. Après quelques jours d'attaque, on lave le bloc fossilifère, on le sèche, on recouvre les os et dents d'un vernis protecteur de plastique et on recommence.

Les résultats donnés par cette méthode ne sont pas toujours satisfaisants, les os et

* *Institut de Paléontologie, Muséum national d'Histoire naturelle, 8, rue de Buffon, 75005 Paris.*

1. Nous devons à M. Jean-Claude Meunier, Ingénieur Chimiste, Laboratoire départemental de l'Oise, et à M. Peyer, Centre de recherches phosphatières, les analyses chimiques de ce travail.

les dents peuvent se fissurer et se briser malgré toutes les précautions. Plusieurs paléontologistes ont incriminé l'attaque trop brutale de la roche par la solution acide avec dégagement abondant de CO_2 et utilisé des solutions d'acide acétique plus diluées — par exemple à 5 % — sans amélioration notable.

Étude expérimentale

Nous avons fait une étude expérimentale minutieuse de la méthode sur des dents fossiles sacrifiées, en faisant varier un paramètre à la fois et en utilisant bien entendu des témoins. Les incisives et les molaires de rongeurs fossiles permettent une expérimentation précise. Il faut éliminer les petites variations apportées par la fossilisation dans des blocs fossilifères identiques (minéralisation légèrement différente, fissures, corrosion). Les dents sont examinées à fort grossissement et triées au préalable. On utilise toujours quatre molaires et quatre incisives au moins pour chaque expérience et pour chaque témoin.

Quand les dents fossiles sont immergées dans une solution pure d'acide acétique à 15 % sans carbonate de calcium (sauf la petite quantité de celui-ci qui persistait à l'intérieur des dents), on voit apparaître en une douzaine d'heures des taches mates à l'intérieur de l'émail. Ces fissures s'agrandissent et finissent par émietter la dent en quatre à six jours. Ces altérations sont identiques dans la solution d'acide acétique à 5 %, mais elles sont plus lentes. La dissolution du carbonate de calcium de la roche y est également plus lente. Les altérations par l'acide formique à 10 % sont beaucoup plus rapides. Elles apparaissent en quelques heures, et les dents sont complètement émiettées après 24 heures.

La présence de fragments de carbonate de calcium à côté des fossiles ralentit puis arrête l'attaque des dents et des os fossiles à mesure que le carbonate de calcium se dissout. La dissolution et les fissures sont d'autant plus importantes et plus rapides que le fossile est moins compact. Elles sont plus fortes dans la dentine que dans l'émail, plus fortes encore dans l'os compact, maximales dans l'os spongieux.

La cristallisation d'acétate de calcium à l'intérieur des fossiles agrandit les fissures et fait apparaître à la surface de l'émail des petits cratères, visibles sur certaines microphotographies publiées de dents de rongeurs.

Le badigeonnage des dents ou des os par un vernis de plastique ralentit assez peu, sans l'arrêter, la fissuration et l'émiettement des os et des dents. Aucun vernis plastique déposé à froid n'est imperméable. Cependant, le vernis plastique reste indispensable pour colmater les fissures déjà apparues et consolider les fossiles. L'imprégnation par une solution diluée de silicate de sodium, suivie de lavage, ralentit nettement l'attaque des dents et os fossiles.

Ces expériences sur des fossiles sacrifiés montrent que les principes chimiques sont plus complexes qu'ils ne le paraissaient.

Principes chimiques

L'acide acétique en solution à 15 % dissout le carbonate de calcium selon la formule suivante :

$CaCO_3$	$+ 2 (CH_3COOH)$	$\rightarrow$	$Ca(CH_3COO)_2$	$+ CO_2$	$+ H_2O$
Carbonate de calcium	Acide acétique		Acétate de calcium	Anhydride carbonique	Eau

L'acétate de calcium très soluble entre en solution, l'anhydride carbonique se dégage.

L'étude expérimentale a montré que le phosphate tricalcique des os et des dents n'est pas toujours insoluble. Il est presque complètement insoluble, moins d'un milligramme (0,85 mg) par litre, dans l'eau neutre : pH 7. Il est au contraire fortement soluble dans les solutions d'acide acétique à 15 % et dans l'acide formique à 10 %.

Solubilité du phosphate tricalcique pulvérisé par litre dans les solutions acides à la température du laboratoire :

	1/2 h	4 h	24 h
Acide acétique à 15 % pur	1 580 mg	2 060 mg	2 700 mg
Acide acétique à 5 % pur	580 mg	1 240 mg	1 700 mg
Acide formique à 10 % pur	1 810 mg	2 740 mg	5 140 mg

La solubilité du phosphate tricalcique dans la solution d'acide acétique à 15 % est donc très importante. La méthode classique de dégagement n'est possible que parce que le carbonate de calcium est beaucoup plus soluble que le phosphate de calcium. La dissolution du carbonate de calcium ralentit puis supprime la dissolution du phosphate de calcium par un double mécanisme : diminution de l'acidité (augmentation du pH) ; libération d'ions Ca^+ dans la solution. Ce deuxième facteur n'a ici qu'une action limitée car l'acétate de calcium, faiblement ionisable, libère peu d'ions Ca^{++}. Nous verrons que ce facteur a une grande importance dans la méthode d'addition d'acide chlorhydrique au bain usagé car le chlorure de calcium est fortement ionisable.

Addition d'acide chlorhydrique au bain acide avec contrôle du pH

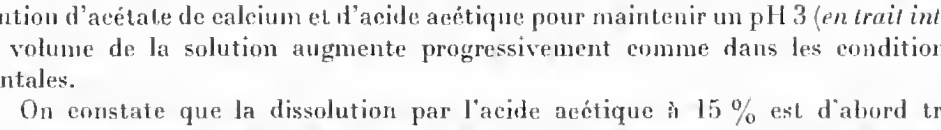
Nous avons inventé cette méthode pour des raisons financières. Le prix de l'acide acétique peut être considéré comme négligeable quand on traite un bloc fossilifère de quelques kilogrammes. Il devient prohibitif (impôts et TVA) quand il s'agit de grosses quantités de roches et nous en avons dissous à ce jour environ trois tonnes. Nous avons pensé à régénérer le bain acide usagé, riche en acétate de calcium par de l'acide chlorhydrique du commerce, bon marché, pour diminuer le prix de revient de la méthode. Nous avons constaté que si l'on contrôle soigneusement cette technique, non seulement elle est plus économique, mais elle donne des résultats supérieurs aux solutions pures d'acide acétique.

Le principe chimique est simple. L'acide chlorhydrique transforme l'acétate de calcium en acide acétique et en chlorure de calcium.

$Ca(CH_3COO)_2$	$+ 2 HCl$	$\rightarrow$	$2 (CH_3COOH)$	$+ CaCl_2$
Acétate de calcium	Acide chlorhydrique		Acide acétique	Chlorure de calcium

La quantité d'acide chlorhydrique ajoutée doit laisser subsister un excès d'acétate de calcium qui limite l'acidité de la solution, le pH optimum étant compris entre 3 et 4.

Il faut éviter tout excès d'acide chlorhydrique qui décomposerait entièrement l'acétate de calcium tampon. Cette solution trop acide a un pH inférieur à 3 ; elle dissout le phosphate de calcium des fossiles selon la réaction :



$2\ Ca_3(PO_4)_2$	$+\ 6\ HCl$	$\rightarrow\ 6\ CaCl_2$	$+\ 2\ (H_3PO_4)$
Phosphate tricalcique	Acide chlorhydrique	Chlorure de calcium	Acide phosphorique

Cette réaction catastrophique est évitée par un contrôle régulier du pH qui ne doit pas descendre au-dessous de 3. La figure 6 (p. 164) indique la dissolution du carbonate de calcium et le dégagement de l'anhydride carbonique CO_2 qui sont parallèles en fonction du temps :

1. dans la méthode classique de solution d'acide acétique à 15 % (*en trait plein*) ;
2. avec addition contrôlée d'acide chlorhydrique du commerce à 34 % à cette même solution d'acétate de calcium et d'acide acétique pour maintenir un pH 3 (*en trait interrompu*).

Le volume de la solution augmente progressivement comme dans les conditions expérimentales.

On constate que la dissolution par l'acide acétique à 15 % est d'abord très rapide (au début elle dissout aussi partiellement le phosphate tricalcique). Elle se ralentit ensuite progressivement selon une courbe asymptote par formation d'acétate de calcium.

L'addition d'acide chlorhydrique à cette même solution prolonge la dissolution du carbonate de calcium qui se ralentit lentement selon une autre courbe asymptote à mesure que la concentration de chlorure de calcium $CaCl_2$ augmente (effet d'ions communs Ca^{++}). La quantité d'acide chlorhydrique qu'on ajoute à la solution doit donc diminuer lentement et progressivement. Si on commettait l'erreur d'ajouter chaque jour la même quantité d'acide chlorhydrique, la solution deviendrait plus acide (diminution du pH) et il y aurait corrosion, puis dissolution du phosphate tricalcique des fossiles.

Il est indispensable de vérifier périodiquement (tous les jours ou tous les deux jours) le pH de la solution après y avoir ajouté l'acide chlorhydrique. On utilise un papier indicateur du pH comme le papier prolabo 1-4,5 [1]. Le pH ne doit pas descendre au-dessous de 3. La lecture se fait en comparant la teinte du papier indicateur, 3 secondes après qu'il a été trempé dans la solution avec l'échelle colorée de la boite, à la lumière du jour (les couleurs sont différentes à la lumière des lampes électriques ordinaires).

On pourrait obtenir une mesure plus précise du pH en utilisant des échelles colorimétriques en solution, ou, mieux encore, un pH-mètre électrique à électrode de verre ou d'antimoine. Nous avons vérifié de cette façon l'exactitude des mesures fournies par notre papier indicateur. Une utilisation régulière du pH-mètre électrique serait plus dispendieuse et beaucoup plus longue que le papier indicateur, sans utilité pratique.

Si le pH de la solution est inférieur à 3 (trop acide), on le ramène à 3 par addition d'une petite quantité d'acétate de calcium qui peut provenir d'une récupération. Si un bain acide usagé est neutralisé par la chaux vive $Ca(OH)_2$ jusqu'à un pH égal à 7, l'acétate de calcium qui cristallise à froid est recueilli sur un tamis de nylon.

1. Prolabo, 12, rue Pelée, 75011 Paris.

L'addition d'acide chlorhydrique nécessite certaines précautions : on ajoute matin et soir 50 à 150 ml d'acide chlorhydrique du commerce dans la solution acide usagée. On verse l'acide chlorhydrique dans un verre gradué en plastique de 500 ml, et on finit de le remplir avec la solution du bain. On verse ce mélange dans le bain acide qu'on agite doucement. Il ne faut pas verser directement l'acide chlorhydrique non dilué ; comme il est plus lourd que les solutions acides qui contiennent peu de chlorure de calcium, il tombe au fond du bac et dissout les fossiles qui s'y trouvent.

On a intérêt à travailler avec des grands bacs qui contiennent 15 à 20 l de solution. Un volume de bain aussi important rend l'attaque plus prolongée et plus régulière en évitant les clochers dangereux d'hyperacidité. Une plaque de verre sert de couvercle au bac et évite les vapeurs acides.

Quand le bain acide est usagé, la quantité de chlorure de calcium augmente et celle d'acétate de calcium tampon diminue. La dissolution de la roche calcaire se ralentit progressivement comme le montre la partie supérieure de la figure 6. En pratique, il faut renouveler le bain quand la quantité totale d'acide chlorhydrique ajoutée est six à huit fois plus élevée que celle de l'acide acétique.

Les avantages économiques sont évidents : le prix du dégagement est diminué de 5 à 6 fois. Nous avons eu la surprise de constater que les résultats sont souvent meilleurs que ceux de la méthode classique par la solution d'acide acétique pur. Cette affirmation a été accueillie avec un certain scepticisme par des confrères paléontologistes. Ils répugnaient à abandonner une méthode simple qui ne nécessite pas de mesure du pH et dont le prix leur était indifférent. Ils pensaient que l'utilisation d'une solution pure donne de meilleurs résultats qu'un mélange complexe contenant des impuretés variées.

Il est donc nécessaire de préciser les notions scientifiques qui expliquent nos constatations expérimentales.

1. L'acide acétique, employé seul, coûte cher et on a tendance à prolonger l'action de la solution usagée, riche en acétate de calcium, qui n'attaque plus que lentement le carbonate de calcium de la roche. Cette façon de faire favorise la cristallisation de l'acétate de calcium dans les fossiles, ce qui élargit leurs fissures et finit par les briser.

2. L'avantage le plus important est la très forte diminution de solubilité du phosphate tricalcique dans les solutions riches en chlorure de calcium.

Solubilité du phosphate tricalcique dans les solutions riches en chlorure de calcium

La loi chimique des concentrations ioniques (ions communs Ca^{+} et ions communs PO_4^{---}) règle la solubilité du phosphate tricalcique. Le chlorure de calcium-sel fortement ionisable libère beaucoup plus d'ions Ca^{+} que l'acétate de calcium-sel faiblement ionisable. Le tableau suivant indique les concentrations en phosphates exprimées en phosphate tricalcique dans les solutions acides riches en chlorure de calcium, avant et après leur acidification par l'acide chlorhydrique du commerce (selon les conditions d'utilisation de la méthode).

SOLUBILITÉ DU PHOSPHATE TRICALCIQUE DANS LA SOLUTION ACIDE USAGÉE CONTENANT ENVIRON 22 % DE CHLORURE DE CALCIUM

	Phosphate tricalcique par litre (en mg)
Dissous dans la solution usagée filtrée et non acidifiée	93,5
Poudre insoluble en suspension recueillie sur filtre	27,5
Usagée non filtrée, acidifiée et ensuite filtrée	120
Usagée, filtrée, additionnée de phosphate tricalcique pendant 24 h	137
Usagée, acidifiée, additionnée de phosphate tricalcique pendant 24 h et filtrée	168

Les mesures indiquées dans ce tableau ont une signification théorique et pratique importante. La quantité totale de phosphate tricalcique qui se dissout est très faible : 168 mg par litre de la solution usagée acidifiée, alors qu'elle est de 2 707 mg dans la solution pure d'acide acétique à 15 % (sans sels solubles de calcium).

Le phosphate de calcium dissous se répartit en trois catégories :

a. 93 mg par litre de phosphate qui reste dissous dans la solution usagée, non acidifiée et filtrée ;

b. 27 mg par litre d'un phosphate sous forme d'une poudre très fine en suspension dans la solution usagée. Ce phosphate peut être recueilli sur un filtre ce qui permet de le doser. Cette poudre en suspension se dissout quand on ajoute de l'acide chlorhydrique du commerce à la solution usagée, jusqu'à un pH de 3.

c. 48 mg par litre représentant la quantité maximum de phosphate tricalcique qui peut être dissoute dans la solution usagée en 24 h, après qu'elle a été acidifiée (168 mg — 120 mg = 48 mg).

Cette faible quantité de phosphate tricalcique qui pourrait provenir des dents et os fossiles est un maximum puisque c'est la quantité de phosphate tricalcique finement pulvérisé qui peut se dissoudre en 24 h.

La quantité de phosphate tricalcique provenant des os et des dents qui entrerait en solution peut être encore fortement diminuée et presque supprimée si on enrichit matin et soir en ions PO_4^{---} la solution acide riche en ions Ca^{++}. Le plus simple est d'ajouter une quantité limitée de phosphate tricalcique technique dans l'acide chlorhydrique du commerce utilisé ; 20 g dans une bonbonne d'acide chlorhydrique de 30 l sont largement suffisants. On ne fera qu'une unique pesée en utilisant une cuiller mesure de médicament — par exemple 7 mesures pour 20 g.

La poudre phosphatée moins soluble que le phosphate tricalcique, recueillie sur le filtre (27 mg), est probablement une fluoroapatite $Ca_5(FOH)(PO_4)_3$.

Les paléontologistes qui voudraient rester fidèles à la méthode classique de la solution à 15 % d'acide acétique pur doivent saturer celle-ci pendant 24 h par du phosphate

1. Prolabo.

tricalcique technique finement pulvérisé, soit 2,7 g par litre. Cette solution contient des ions PO_4^{---} et des ions Ca^{++} (plus d'ions PO_4^{---} et moins d'ions Ca^{++} que les solutions qui contiennent une proportion importante de $CaCl_2$). La quantité correspondante d'acide acétique concentré (150 ml) dissout beaucoup moins de phosphate tricalcique que lorsqu'il est dilué. La solution d'acide acétique à 15 % dissout une quantité un peu plus faible de carbonate de calcium 2,7 g par litre — moins de 3 % de la quantité totale dissoute dans les conditions expérimentales.

La solution d'acide acétique à 15 % saturée de phosphate tricalcique conserve une indication. Pendant les premières heures, elle dissout rapidement le carbonate de calcium (fig. 6), ce qui est commode pour les dégagements partiels dont nous parlerons plus loin.

Variétés de roches

Les seules roches attaquées sont celles qui contiennent une quantité suffisante de carbonate de calcium. On vérifie sur un petit échantillon de roche que celle-ci est attaquée normalement par l'acide acétique à 15 %. Le dégagement des bulles d'anhydride carbonique CO_2 permet d'apprécier la rapidité de dissolution de carbonate de calcium. Si le dégagement de CO_2 est très faible ou nul, la méthode est inapplicable.

D'autres fois, le dégagement de CO_2 est au contraire trop abondant et les bulles de gaz risqueraient d'émietter les fossiles. Dans ce cas, on utilise la méthode d'imprégnation par le silicate de soude dilué, dont nous parlerons plus loin.

La rapidité d'attaque de la roche dépend de plusieurs facteurs :

1. Son pourcentage de carbonate de calcium. Elle est attaquée d'autant plus rapidement qu'elle en contient davantage.

2. La forme sous laquelle se présente ce carbonate de calcium. La calcite cristallisée et le marbre sont attaqués beaucoup plus lentement qu'un calcaire plus perméable et plus tendre. Les débris de coquilles, abondants dans certains sables fossilifères, sont attaqués avec une extrême rapidité.

3. La proportion et la nature des argiles. Les autres éléments insolubles dans l'acide dilué comme les grains de silice ou l'oxyde de fer sont peu gênants. En pratique, toutes les roches calcaires contiennent une proportion plus ou moins grande d'une ou de plusieurs des variétés d'argile. Souvent, cette argile est peu gênante, elle se borne à ralentir la réaction. Les bulles d'anhydride carbonique la mobilisent et elle se met en suspension dans le bain acide. Elle se dépose lentement au fond du bac, en même temps que les petits fossiles. Elle se dépose également partiellement sur la face supérieure du bloc qui est attaquée plus lentement que la face inférieure. Dans les cas les plus favorables, le rinçage périodique du bloc (deux fois par jour) dans un bac d'eau suffit à éliminer ce film d'argile. D'autres fois, comme dans les roches de Bouzigue et du Djebel Irhoud, l'argile est précipitée par les sels solubles de calcium de la solution acide. Elle forme une pellicule visqueuse qui persiste après lavage et colle à la roche et aux fossiles. Le nettoyage de ceux-ci avec un pinceau, même manié avec précaution, comme le fait Rixon, risque de casser les plus fragiles. Le nettoyage par le courant d'eau qui s'écoule doucement d'un robinet fait courir le même risque.

La meilleure solution est de laver, de sécher puis de tremper le bloc fossilifère sec dans un bac d'eau où l'argile dépolymérisée se met immédiatement en suspension. On fait ensuite le séchage définitif.

Certaines marnes qui contiennent plus de 20 % d'argile et moins de 80 % de carbonate de calcium ne se dissolvent pas dans les solutions acides. Elles se transforment en une pâte argileuse qui englobe les fossiles. L'utilisation du pétrole nous a donné de bons résultats, mais la méthode est assez lente. Les blocs secs sont immergés un ou deux jours dans le pétrole. On les place sans les sécher dans un égouttoir en plastique immergé dans une cuvette d'eau froide. Les blocs gonflent légèrement, se fissurent et la marne argileuse s'émulsionne lentement dans l'eau. On agite lentement la passoire une fois par jour. Après deux à trois semaines on élimine la marne par lavage et tamisage ; on recueille des fragments plus durs et plus riches en calcaire (de l'ordre de 90 %) qui ne sont pas émulsionnés. Ils se dissolvent dans la solution d'acide acétique et on recueille les fossiles.

Manipulation des blocs fossilifères

La manipulation de ces blocs nécessite des précautions spéciales. La solution acide est rapidement rendue trouble par l'argile en suspension. On serait donc certain d'écraser des fossiles si on prenait les blocs avec les mains à l'aveuglette dans les bacs.

Nous déposons un gros bloc ou plusieurs petits blocs dans un égouttoir en plastique. On découpe facilement ces égouttoirs pour les adapter à la forme irrégulière d'un bloc. On a intérêt à découper dans ces égouttoirs des fenêtres qui facilitent la circulation du liquide. On saisit les anses ou les bords de l'égouttoir pour le sortir du bain acide opaque et rincer le bloc ou les blocs qu'il contient dans une bassine d'eau, toujours la même bassine pour un même gisement. On examine la face supérieure et les faces latérales du bloc et on voit comment placer les doigts pour regarder la face inférieure. Si rien de nouveau n'est apparu, on replace passoire et bloc dans le bain acide.

On peut facilement changer la position des blocs dans les égouttoirs pour éviter que la dissolution de la roche ne presse les fossiles sur les parois de l'égouttoir ou sur un autre bloc, ce qui pourrait les briser. C'est seulement pour quelques blocs très riches, montrant des fossiles précieux sur plusieurs faces, qu'il est prudent de dégager les fossiles d'une seule face par une immersion partielle (voir plus loin). On reprend ensuite la méthode habituelle.

Les fossiles qui mesurent plus de trois millimètres restent au fond de la passoire où on les récupère facilement. Les fossiles plus petits tombent au fond du bac de la solution acide ou de la cuvette de rinçage.

Lavage et séchage

Le lavage se fait en immergeant le bloc fossilifère dans de l'eau tiède. On renouvelle ensuite matin et soir l'eau des bacs de rinçage pendant 24 h au moins pour les petits fossiles, trois à quatre jours pour les os et dents plus volumineux.

La formation de cristaux d'acétate de calcium est la cause principale de la casse des fossiles au cours de leur dégagement. Ces cristaux en augmentant progressivement de taille fissurent le fossile et le font éclater. Ce n'est pas une simple hypothèse. La preuve nous en a été fournie lors d'une brusque maladie. A notre retour de la clinique, dix jours plus tard, la solution acide contenait de nombreux cristaux d'acétate de calcium qui avaient brisé tous les fossiles en cours de dégagement, alors que ceux-ci étaient intacts à notre départ. Si l'on doit s'absenter, il faut retirer les blocs des bains acides et les immerger dans de l'eau, tiède de préférence.

Il faut éviter toute concentration locale d'acétate de calcium, ce qui se produit surtout dans deux circonstances :

1. Quand un bloc fossilifère immergé partiellement dans la solution acide n'est pas protégé parfaitement contre la dessication, des cristaux blancs d'acétate de calcium se forment sur la partie émergée et la circulation de bas en haut de la solution acide à l'intérieur du fossile augmente la taille des cristaux d'acétate de calcium, d'où des dégâts.

2. Quand le séchage du bloc n'est pas homogène (ventilateur ou chauffage par les rayons infrarouges), le liquide contenu dans la pierre et dans les fossiles se déplace de la partie encore humide vers la zone plus sèche où la concentration d'acétate de calcium augmente.

Il est donc prudent de surveiller le séchage. Si le bloc ou le fossile ne sont pas suffisamment rincés, on voit apparaître par places, surtout sur les fossiles plus poreux que la roche, des cristaux blancs d'acétate de calcium provenant de la profondeur du bloc. Il faut immédiatement rincer à nouveau, de préférence à l'eau tiède.

Imprégnation de plastique suivie de séchage

Le plastique utilisé en solution fluide pour imprégner et consolider les fossiles doit satisfaire à certaines conditions. Il ne doit pas être attaqué et il ne doit pas se gonfler sous l'action de l'eau et des acides dilués. Le plastique doit être incolore et peu cassant. Il doit rester soluble dans le solvant choisi, c'est-à-dire ne pas se polymériser. Enfin, il doit donner des solutions très fluides (molécules de petite taille) pour favoriser la pénétration en profondeur.

Nous utilisons comme Rixon le métacrylate de butyle (plexigum P24) [1] qui répond à toutes ces conditions. Nous utilisons ce plastique en solution diluée dans l'acétone anhydre [2]. Le fossile doit être sec et l'acétone anhydre. En effet, si le fossile est très humide, il se forme une espèce de gelée plastique qui reste à sa surface et ne le consolide presque pas.

Si le fossile est légèrement humide, la pénétration est moins profonde que s'il est sec. On peut, sur le terrain, badigeonner des fossiles incomplètement secs, n'obtenant ainsi qu'une consolidation partielle qui devra être complétée par la suite.

1. Métacrylate de butyle-Plexigum P24 fabriqué par Rohm et Haas (chemische Fabrik, Darmstadt, Deutschland), importé par Produits chimiques de la Seine, 45, av. Kléber, 75016 Paris.
2. Prolabo.

On vérifie facilement que la solution de plexigum colmate et consolide les fissures du fossile. En revanche, elle ne constitue pas un « vernis imperméable ». Aucun film de plastique provenant de la dessication d'une solution n'est imperméable. Il ralentit sans la supprimer la pénétration de l'eau et des solutions aqueuses. Il faut obtenir une pénétration aussi profonde que possible de la solution de plexigum pour consolider les fossiles. On utilise une solution très fluide de plastique M de l'ordre de 2 à 5 %. La solution est assez fluide quand elle pénètre suffisamment le fossile pour qu'on soit obligé de l'appliquer trois ou quatre fois, séparées par des intervalles de séchage de quelques minutes, avant de rester visible en surface.

La quantité de solution dépend, bien entendu, du volume du fossile. On utilise pour les petites pièces un pinceau d'aquarelle manié avec douceur. Pour les plus grosses pièces, on imprègne en profondeur la fissure ou le trou vasculaire qui vient de se révéler avec un compte-gouttes qui injecte rapidement plusieurs millilitres de la solution plastique. Dans ce dernier cas, le séchage est évidemment plus long : un quart d'heure ou une demi-heure.

On renouvelle ces injections tant que l'os absorbe la solution et certains os spongieux ou des dents qui ont une cavité centrale en absorbent des quantités surprenantes.

Les imprégnations partielles successives séparées par des intervalles de séchage conservent une certaine cohésion au fossile. Par contre, une imprégnation totale comme celle qui est réalisée par l'immersion dans une solution de plastique n'assure aucune cohésion. Nous avons appris ce principe dans notre enfance quand nous faisions des pâtés de sable humide, qui se liquéfient quand la quantité d'eau dépasse le point critique. La technique ancienne d'immersion du fossile dans une solution de plastique doit être abandonnée.

La solution de plexigum dans l'acétone ne reste fluide que si cette dernière reste anhydre. Le petit flacon de solution de plexigum doit rester bouché, pour éviter non seulement l'évaporation de l'acétone, mais aussi l'absorption d'eau. Cette dernière provient de la vapeur d'eau de l'air et en particulier de l'air expiré par le manipulateur. On s'aperçoit que la solution n'est plus anhydre quand elle devient plus visqueuse, et pénètre moins bien les fossiles. Il n'y a plus qu'à la jeter.

Il vaut mieux mettre la solution utilisée dans un petit flacon de 20 à 30 ml qui sera utilisé jusqu'au bout. Comme l'acétone s'évapore rapidement, on ajoutera parfois à cette solution un peu d'acétone anhydre. On gagne du temps en préparant à l'avance une solution concentrée et visqueuse de plexigum dans l'acétone. Celle-ci sera mélangée avec de l'acétone pour donner la solution fluide. On utilise les flacons de verre et les couvercles en plastique polymérisé souple utilisés pour les médicaments, car ils ne sont pas attaqués par l'acétone.

Recollage des blocs fossilifères avec la solution plastique

Une utilisation spéciale du plexigum est le recollage des blocs fossilifères. On repère le plus souvent sur le terrain, mais quelquefois au laboratoire, que deux blocs montrent sur un plan de rupture commun un fossile intéressant, par exemple une mâchoire avec ses dents. Ces deux blocs sont désignés par un numéro inscrit sur les faces à recoller.

Ils sont ensuite séchés complètement et recollés avant le dégagement par la solution acide, au lieu d'être dégagés séparément.

On vérifie d'abord que les deux surfaces s'emboîtent parfaitement et on enlève les petits débris qui s'opposent à une connexion parfaite, puis on badigeonne les deux surfaces avec la solution fluide de plexigum et immédiatement après avec la solution plus concentrée et plus visqueuse du même plastique. On place rapidement les deux morceaux l'un contre l'autre pour éviter l'évaporation de l'acétone et l'on maintient les deux blocs serrés l'un contre l'autre pendant 2 à 3 jours.

A ce moment, le collage est solide et la rétraction finale a assuré un contact étroit entre les deux moitiés du fossile. La lame mince de plexigum qui persiste après le dégagement chimique du fossile est enlevée facilement par un pinceau imbibé d'acétone, sans décoller les deux moitiés du fossile.

Il est évident que cette technique de recollage ne doit pas reconstituer des blocs volumineux dont les manipulations seraient difficiles et dangereuses pour les fossiles qu'ils contiennent.

Durcissement des fossiles dégagés par le silicate de soude concentré

Le silicate de soude du commerce, silicate de sodium (Na_2SiO_3) est une solution aqueuse concentrée, de consistance visqueuse (verre soluble). Il est utilisé depuis les débuts de la paléontologie pour durcir des fossiles très variés.

Il y a intérêt à ajouter à la solution commerciale un peu d'eau, 15 à 20 % en volume. La solution de silicate devient beaucoup plus fluide et pénètre mieux les fossiles. Lorsque le fossile imprégné de silicate de soude a séché, il devient beaucoup plus résistant. Le principal inconvénient du silicate de soude est qu'il constitue une solution aqueuse et hypertonique. Son eau ramollit momentanément le fossile qui y est immergé et on devra le manipuler avec précaution tant qu'il est humide. Le fossile doit être consolidé par l'imprégnation préalable de plastique M qui résiste à l'eau et au silicate de soude. On constate que la solution concentrée de silicate de soude pénètre lentement et profondément dans le fossile déjà imprégné de plexigum, démontrant ainsi que le vernis de plastique n'est jamais imperméable. Il laisse subsister des pores et des fissures microscopiques par lesquelles s'infiltre la solution de silicate de soude.

Les deux opérations d'imprégnation du fossile, d'abord par le plastique, puis par le silicate de soude concentré se complètent ainsi admirablement. Les fossiles ainsi imprégnés sont solides et le paléontologiste n'a plus à dire à ses visiteurs : « regardez-les, mais surtout ne les touchez pas ! ».

La quantité de silicate de soude fixée par les os fossiles est assez faible : 3 à 5 % en poids. Elle entraîne un durcissement important de + 50 % à + 160 % (mesures au microduromètre que nous devons à M. Alpern du CERCHAR).

La pénétration du silicate de soude dans le fossile est d'autant plus lente que celui-ci est plus gros. Elle varie de quelques heures à quelques jours. Elle est plus rapide et plus complète à chaud. Nous avons trouvé commode de plonger les os et dents fossiles déjà consolidés par le plexigum dans un flacon à large embouchure, rempli de la solution concentrée de silicate de soude. Lorsque ce flacon est chauffé jusqu'à 80° ou 100°C, pendant dix minutes par exemple, l'air inclus dans le fossile se dégage en bulles, ce qu'on facilite en frappant la paroi du flacon. Pour le chauffage, on peut utiliser un bain-marie ou plus simplement

placer le flacon contre une ampoule électrique. Lorsque l'air a été ainsi expulsé par chauffage, la solution en se refroidissant pénètre profondément les fossiles. Ceux-ci après un rinçage à l'eau de quelques secondes sont séchés sur un morceau d'étoffe où ils ne colleront pas.

Un inconvénient mineur du durcissement au silicate de soude est l'apparition rare et toujours très tardive — quelques mois ou quelques années — de fins cristaux de carbonate de soude à la surface du fossile, quand le silicate de soude a été partiellement décomposé par le CO_2 de l'air humide. Le fossile présente des taches blanchâtres et prend l'air moisi. On supprime cet aspect fâcheux en lavant le fossile à l'eau pendant un à deux jours. Après séchage, on peut faire une nouvelle imprégnation par le silicate de soude. Nous n'avons eu besoin de faire ce lavage que très rarement, pour moins de 1 % des fossiles consolidés au silicate.

L'épreuve du temps est favorable à la méthode. Aucune des coquilles fossiles imprégnées il y a 30 ans n'a bougé.

Nous avons vérifié après MM. Rixon et Lavocat que certains fossiles pléistocènes récents, qui étaient englobés dans de l'argile, se fendent parfois au séchage. Ils se fendent davantage encore si, après séchage, ils sont mouillés par de l'eau ou par une solution aqueuse (silicate de soude par exemple) puis séchés. Il vaut mieux ne durcir ces fossiles secs que par la solution de plexigum. C'est la seule contre-indication du silicate de soude.

Imprégnation par le silicate de soude dilué

Quand la roche fossilifère contient peu d'argile, l'imprégnation par une solution diluée à 20 % de silicate de soude consolide sensiblement les os et dents fossiles qu'elle contient. Les blocs calcaires vierges et les blocs en cours de dégagement par la solution acide, après un lavage prolongé de 2 à 3 jours, sont séchés, puis immergés complètement pendant 24 h dans la solution à 20 % de silicate de soude. Nous avons vérifié après sciage à la scie diamantée que cette solution pénètre sur une épaisseur de 10 à 20 mm les calcaires compacts comme ceux de Beni Mellal. La concentration du silicate de soude est plus grande dans les os inclus que dans la roche elle-même, plus grande encore dans les os et dents partiellement dégagés et devenus plus poreux. La solution pénètre le long des fissures préexistantes, même microscopiques, et les colmate.

Les blocs ainsi imprégnés sont rincés à l'eau pendant une douzaine d'heures pour éviter un excès de silicate, transformé ensuite en silice dans les parties superficielles des os, ce qui pourrait les fissurer. Les blocs rincés sont plongés sans séchage dans la solution acide. Le silicate de soude est transformé en silice colloïdale, puis en poudre fine de silice, ce qui consolide les fossiles et diminue la pénétration de l'acide à l'intérieur de ceux-ci. L'attaque de la roche est plus sélective et les fossiles conservent une plus grande quantité de carbonate de calcium, ce qui les consolide. Cette méthode a donné d'excellents résultats dans les brèches fossilifères d'Aïn Brimba (Villafranchien de Tunisie), constituées par des calcaires de consistances très différentes. L'attaque par le bain acide était très rapide sur les calcaires poreux, très lente sur les calcaires compacts ou argileux, et les fossiles s'émiettaient. Après imprégnation par le silicate de soude dilué, l'attaque est beaucoup plus homogène et on peut dégager les fossiles sans qu'ils se brisent.

Le même procédé est utile pour les roches fossilifères où un courant d'eau a dissous la roche calcaire plus que les fossiles. Ceux-ci apparaissent en relief sur la roche, ils sont souvent très intéressants, mais ils sont poreux et assez fragiles. Leur imprégnation par la solution fluide de plastique est utile, mais elle ne les consolide pas suffisamment. Ils s'émiettent souvent dans le bain acide. L'imprégnation de ces blocs fossilifères par le silicate de soude dilué, suivie d'un lavage, complète l'action du plastique et permet de les dégager sans les endommager.

Cette méthode a cependant deux inconvénients :

1. Elle ralentit l'attaque de la roche calcaire imprégnée qui devient 3 à 6 fois plus lente. C'est une raison de plus pour travailler à chaud, en étuve, à des températures de 30 à 45°C. Selon la loi empirique de Berzèlius, la rapidité des réactions chimiques double à chaque augmentation de 10°C.

2. Elle augmente la cohésion de l'argile quand la roche en contient une forte proportion. Dans les roches de Bouzigue qui se dissolvent bien dans le bain acide ordinaire, l'imprégnation par le silicate de soude fait apparaître au cours du dégagement par le bain acide une croûte ou des grumeaux d'argile et de silice. Il faut donc l'éviter.

Élimination des sulfates

Une autre cause de fragilisation des fossiles est la présence de sulfates SO_4^{--}. Ces ions SO_4^{--} proviennent de deux sources :

1. Ils sont contenus à titre d'impuretés dans les solutions techniques, non purifiées, d'acide acétique et surtout d'acide chlorhydrique du commerce.

2. Ils proviennent en grande quantité de certaines roches sédimentaires fossilifères où ils se trouvent sous forme de sulfate de calcium hydraté ($CaSO_4 + 2H_2O$) = gypse cristallisé ou non.

Nous avons constaté le rôle nocif des ions SO_4^{--} avant d'en trouver une explication. Celle-ci est probablement la formation d'un sulfate double de calcium et d'aluminium. Ce sel, qui est hygroscopique, est un facteur très important de désagrégation des ciments industriels par les eaux riches en sulfate de calcium. L'élimination des ions SO_4^{--} se fait facilement en ajoutant au bain acide du chlorure de baryum soluble ($BaCl_2$) qui précipite les sulfates sous forme de sulfate de baryum insoluble.

$BaCl_2$	+	$CaSO_4$	→	$BaSO_4$	+	$CaCl_2$
Chlorure de baryum		Sulfate de calcium		Sulfate de baryum		Chlorure de calcium

Il faut ajouter assez souvent le chlorure de baryum technique [1] au bain acide. Le plus pratique est de verser dans chaque litre d'acide chlorhydrique du commerce HCl, 40 ml de solution saturée de chlorure de baryum, ce qui forme un précipité blanc abondant.

1. Prolabo.

Celui-ci est constitué en partie par du sulfate de baryum insoluble, en partie par du chlorure de baryum beaucoup moins soluble dans l'acide chlorhydrique concentré, riche en ions Cl^-, que dans l'eau.

Avant d'ajouter l'acide chlorhydrique aux bains acides matin et soir, on agite la bouteille et on verse la quantité voulue d'acide avec le précipité en suspension. Les cristaux microscopiques de chlorure de baryum se dissolvent dans le bain et précipitent les sulfates sous forme de sulfate de baryum. Ce dernier n'est pas gênant. Il forme une poudre fine et lourde qui tombe au fond des bacs. Il est éliminé en même temps que l'argile quand on lave et tamise le dépôt du fond du bac.

Durée du dégagement — Travail par roulement

Une question m'a souvent été posée : « Ces fossiles sont beaux, mais combien de temps vous a-t-il fallu pour les dégager ? » La réponse est une heure ou deux heures de travail pour le fossile, mais ce travail a été réparti sur un à deux mois.

Il faut procéder par roulement. On peut compter un cycle de deux à quatre jours pour l'attaque par le bain acide, un à deux jours de lavage, une demi-journée de séchage, une imprégnation par la solution de plastique qui prend de cinq minutes à un quart d'heure, suivie d'un séchage de quelques heures ; mouillage à l'eau d'une heure, et on recommence ces opérations. Le cycle est plus long quand on utilise le silicate de soude dilué : 24 h d'imprégnation par la solution de silicate, puis 12 h de lavage à l'eau ; attaque par le bain acide suivie d'un autre lavage plus prolongé de 2 à 3 jours, puis séchage. On peut compter pour une étuve trois bacs de vingt litres, chaque bac contient à la fois deux passoires remplies chacune d'un ou plusieurs blocs fossilifères. Le nombre total de passoires utilisées au cours du cycle est d'une quinzaine environ.

Quand le fossile est presque entièrement dégagé du bloc, il faut résister à la tentation de finir de le dégager par une manœuvre de force, traction, levier, sciage. Le fossile est fragile surtout quand il est mouillé et la précipitation entraîne souvent des dégâts irréparables. Dans certains cas, on peut, après lavage, séchage et imprégnation de plexigum, avoir recours à une immersion partielle de la roche ou du fragment de roche dans la solution acide pour compléter le dégagement du fossile, à condition de travailler en espace clos, pour éviter tout séchage. Souvent on se borne à recueillir au fond de la passoire le fossile qui y est tombé.

Repérage des fossiles au cours du dégagement

Le procédé le plus pratique pour repérer les fossiles intéressants en cours de dégagement est de placer un cavalier découpé dans une feuille de plomb sur le bord de la passoire le plus proche du fossile. Le numérotage des passoires pourrait être fait facilement avec un nombre variable de tours de fil de plomb (fusible électrique) sur le bord de chaque passoire, mais il faudrait tenir ensuite une comptabilité fastidieuse.

Lorsque les fossiles intéressants sont très petits (mâchoires de rongeurs ou de chei-

roptères par exemple), il faut pouvoir les retrouver facilement dans la passoire, ou au fond du bac où ils sont tombés quand leur dégagement est terminé.

Nous avons trouvé commode, quand le fossile imprégné de plastique M a séché, d'y coller un bout de fil à coudre de 2 à 4 cm. L'extrémité du fil est d'abord imprégnée d'une colle plastique (Scotch ou Rubafix). On la fixe ensuite sur le fossile avec le pinceau imbibé de la solution de plexigum, cette dernière étant trop fluide pour permettre à elle seule de bien coller le fil. On retrouvera plus facilement, grâce à ce fil, le fossile précieux et minuscule.

Au cours du dégagement, on peut réunir par un fil coloré les fragments d'un os brisé et séparés dans la roche.

Conservation de la connexion des pièces osseuses par dégagement partiel

Certains fossiles sont composés de pièces osseuses multiples et on peut vouloir les maintenir en connexion. C'est le cas des pièces osseuses des membres, surtout chez les petits animaux. Nous avons ainsi dégagé, en les maintenant en connexion, une aile de chauve-souris de Céreste, les os du carpe d'une autre chauve-souris de Bouzigue.

Le procédé que nous préférons est le dégagement des pièces osseuses sur une seule face du bloc. Pour cela, le bloc fossilifère en cours de dégagement est lavé, séché, au besoin débarrassé de la couche d'argile par un deuxième lavage, suivi d'un deuxième séchage. On imprègne de la solution diluée de plexigum non seulement les pièces osseuses découvertes, mais aussi la partie de la roche que l'on désire conserver.

Cette imprégnation, bien qu'elle n'assure pas une protection totale de la roche, retarde nettement son attaque. Le bloc ainsi préparé est imprégné d'eau, puis il est immergé partiellement dans la solution acide. La solution d'acide acétique à 15 %, saturée de phosphate tricalcique pendant 24 h et non usagée (sans acétate de calcium et sans chlorure de calcium), est commode pour les dégagements partiels, car elle dissout rapidement le carbonate de calcium de la roche. Quand l'attaque se ralentit au bout de quelques heures, cette solution usagée est versée dans le bac de solution usagée qu'on additionne d'acide chlorhydrique.

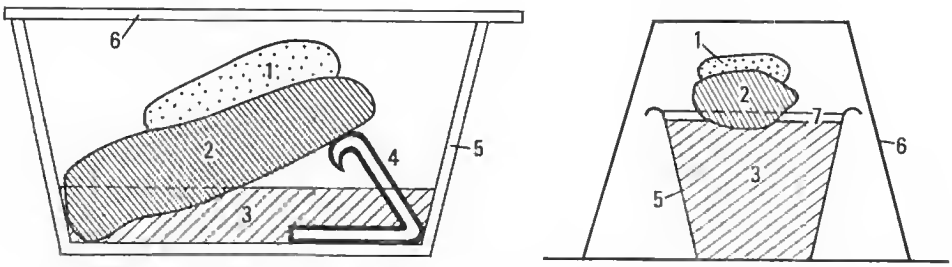


Fig. 1 et 2. — Attaque partielle d'un bloc fossilifère par le bain acide.
1, tampon d'ouate imbibé d'eau ; 2, bloc fossilifère immergé partiellement dans le bain acide (3) ; 4, feuille de plomb pliable à volonté ; 5, récipient en verre ou en plastique ; 6, plaque de verre ou cloche évitant la dessiccation ; 7, couvercle en plastique souple.

La face à dégager du bloc fossilifère est placée vers le bas (fig. 1 et 2). On obtient l'inclinaison voulue des fragments de roche avec des cales de plasticine ou, pour les gros blocs, avec des feuilles de plomb pliées dont on modifie la courbure à volonté. On verse la solution acide jusqu'à la limite de la roche à attaquer. Il faut bien entendu éviter que la roche et les fossiles situés au-dessus du bain acide ne puissent sécher, ce qui produirait des efflorescences d'acétate de calcium qui risqueraient de briser les fossiles. On recouvre l'ensemble avec un couvercle et on a intérêt à mettre une feuille d'ouate mouillée d'eau sur la face supérieure du bloc fossilifère. On surveille l'attaque du bloc à des intervalles rapprochés, toutes les heures ou toutes les deux heures. Il est prudent de placer le bloc pendant la nuit dans un bac de rinçage rempli d'eau. Il faut compter plusieurs cycles d'attaque, rinçage, séchage, imprégnation de plastique pour que toutes les pièces osseuses restant en connexion apparaissent sur la face conservée du bloc.

Il est nécessaire de dépister et colmater les fissures qui fendraient la roche et les fossiles. Certaines, récentes et peu visibles, sont élargies par la pénétration du bain acide. D'autres sont anciennes et colmatées par des cristaux de calcite plus solubles que la roche argileuse.

Quand on découvre une de ces fissures, il faut, après lavage et séchage, l'imprégner avec la solution diluée de plastique. Ce procédé n'est pas suffisant à lui seul, car la couche de plastique n'est pas imperméable. La solution acide la traverse après un jour ou deux, et chemine à nouveau le long de la fissure. Il faut compléter l'imprégnation de plastique en colmatant la fissure avec de la pâte à modeler grasse (plasticine), ce qui assure une protection bien meilleure que celle que l'on obtiendrait par un seul de ces éléments.

La méthode de dégagement partiel s'applique aussi bien aux petits mammifères (aile de chauve-souris de Céreste par exemple) qu'aux plus gros (patte de Girallidé du Pontien de Salonique). Nous avons dégagé sur les deux faces les plaques d'un *Dicoccosteus* d'Écosse, en dégageant d'abord le fossile sur une seule face, imprégnant les plaques osseuses de plexigum, réunissant quelques intervalles entre ces plaques par de l'araldite [1] et enfin en dégageant l'autre face de la même manière. Il aurait été impossible de dégager ce fossile si on l'avait abandonné dans le bain acide. Quand on ne dispose pas d'une scie diamantée, on peut réduire l'épaisseur de la plaque rocheuse qui porte le fossile par une dissolution partielle au bain acide, qui fait parfois découvrir quelque chose d'intéressant.

On utilise également l'immersion partielle dans le bain acide pour dissoudre un ou plusieurs fragments de roche qui restent attachés au fossile. Les pots à crème à couvercle de plastique souple où l'on découpe une fenêtre de la dimension et de la forme voulue sont très commodes (fig. 2). Le même couvercle de plastique posé sur un verre à boire ou un autre récipient de verre permet de voir la face inférieure du fragment pour régler avec précision le niveau du bain acide. Les gros fils de plomb (fusibles électriques) permettent de suspendre les petits blocs fossilifères ou de les caler dans la position voulue.

Nous n'avons eu que très rarement recours à l'inclusion totale du fossile dans un bloc de plastique transparent. On le fait en imprégnant de plastique polymérisable la face du fossile mise à nu par l'attaque, puis en dissolvant le reste du bloc pour dégager l'autre face du fossile et l'inclure dans le même plastique. Cette méthode séduisante a deux graves inconvénients :

1. Elle est définitive. Aucune retouche ou dégagement complémentaire n'est possible,

1. Araldite Ciba.

alors que les paléontologistes nous ont demandé plusieurs fois de photographier l'ensemble des pièces en connexion, puis de dégager entièrement chacune des pièces osseuses, comme dans le cas d'une patte de gazelle du Pikermien de Salonique.

2. Le risque d'opacification du plastique. Le bloc plastique parfaitement transparent peut s'opacifier progressivement au bout de quelques années. Comme ce plastique polymérisé est insoluble, le fossile est perdu, comme le spécimen du Cœlacanthe actuel du Muséum de Paris. Rien ne remplace l'épreuve du temps et il est impossible de savoir si un nouveau plastique polymérisable parfaitement transparent actuellement ne s'opacifiera pas dans dix ou vingt ans.

Nettoyage des fossiles

Le nettoyage de la surface des fossiles est une nécessité. La présence d'une couche de plastique, souvent colorée par de l'argile, à la surface du fossile, n'est pas seulement disgracieuse, elle masque les détails. Le silicatage du fossile avec une solution concentrée de silicate de soude, pratiqué à chaud et suivi de séchage, consolide le fossile et permet un nettoyage qui n'aurait pas été possible autrement. On nettoie le fossile avec des tampons d'ouate imbibés d'acétone, mais ceux-ci ont l'inconvénient de perdre des fibres visibles aux forts grossissements quand la surface du fossile est rugueuse. Dans ce cas, il vaut mieux utiliser des petits morceaux d'étoffe roulés en boule et imprégnés d'acétone. Le durcissement par le silicate de soude permet de dégager avec une pointe ou une plume d'acier des fragments de silice ou d'oxyde de fer fixés sur les fossiles. Si le fossile est très fragile, on le nettoie avec un pinceau d'aquarelle trempé dans l'acétone. Si le nettoyage reste incomplet après une minute, il est prudent de laisser sécher cinq minutes avant de recommencer.

Quand le fossile est extrêmement fragile, nous utilisons un procédé spécial : une face du fossile est collée sur une lame d'aluminium mince et étroite, courbée selon la forme du fossile avec une colle soluble dans l'eau et insoluble dans l'acétone, par exemple de la seccotine. Il faut attendre plusieurs heures pour que cette colle sèche dans toute son épaisseur. On nettoie alors la moitié du fossile libre de colle avec un pinceau imbibé d'acétone. S'il reste des fissures après ce nettoyage, on les colmate avec une gouttelette de solution de plexignm. On laisse sécher complètement l'acétone, par exemple pendant une heure. On plonge la lamelle d'aluminium et le fossile dans l'eau. La seccotine ne se dissout qu'au bout de quelques heures. Signalons qu'après séchage, on voit apparaître une auréole de plastique extrêmement mince, qui recouvrait la surface de la colle. Cette pellicule se dissout immédiatement par le contact du pinceau imbibé d'acétone.

Après séchage, on procède de la même manière sur l'autre face du fossile. Ce procédé minutieux est plus rapide qu'on ne pourrait le croire, car chacune des manœuvres réparties sur 24 heures ne dure qu'une à deux minutes.

Lavage des boues fossilifères du fond des bacs

Les boues fossilifères qui se déposent au fond des bacs de solution acide et des bacs de rinçage contiennent presque toujours des petits fossiles intéressants, par exemple des

dents de rongeurs ou de cheiroptères. Il faut les laver en évitant toute manœuvre brutale qui pourrait briser ces fossiles. Quand on veut les changer de récipient, il faut les verser ou les faire tomber dans une autre cuvette de plastique remplie de plusieurs centimètres d'eau.

Le lavage des bones fossilifères se fait en versant le rinçage du fond des bacs sur un tamis fin en nylon immergé à moitié dans une cuvette d'eau. Les tamis de nylon utilisés en boulangerie pour le tamisage de la farine conviennent fort bien. On élève et on abaisse le tamis dans l'eau, puis on fait tomber ce qui reste sur le tamis dans un autre bac rempli d'eau pour un rinçage de 12 à 24 h, qui éliminera les dernières traces de sels de calcium solubles. Les argiles sont souvent visqueuses ; elles recouvrent les fossiles d'une pellicule colorée et forment parfois des petits grumeaux. La façon la plus simple d'émulsionner cette argile est de sécher le tamisage et de le mouiller à nouveau pour mettre l'argile en suspension. Ce deuxième rinçage ne prend que quelques minutes, il est suivi du séchage définitif avant le triage.

Des grumeaux d'argile durcie persistent parfois, surtout quand il y a eu imprégnation par le silicate de soude. Il faut immerger le matériel dans une solution diluée — 5 g par litre — de soude caustique pendant vingt-quatre heures, de préférence à une température de 30 à 40°C. Les grumeaux d'argile se ramollissent et sont éliminés par lavage et tamisage.

Concentration des fossiles dans les sables et argiles fossilifères

Les sables et les argiles fossilifères contiennent des petits fossiles dispersés dans une grande quantité de matériaux inutiles. On éliminera successivement les gros fragments qui seront triés directement, les argiles, le sulfate de calcium, le carbonate de calcium, la silice, les oxydes de fer.

On utilise un tamis aux mailles larges pour séparer le gros matériel qui sera trié facilement après lavage et séchage. La limite entre ce que nous appelons le gros matériel et le matériel plus fin dépend de l'opérateur et des moyens dont il dispose. Elle se situe à 4 mm pour les uns, et à 2 mm pour les autres.

Le lavage et le tamisage avec un tamis de boulanger en nylon à mailles très fines éliminent les sables et les débris très fins. On jette ce sable après avoir vérifié à la loupe qu'il ne contient pas de fossiles.

Élimination des argiles

Le premier lavage et tamisage n'élimine pas toujours complètement les argiles et il faut ajouter aux sédiments de l'hexamétaphosphate de sodium technique [1], 5 g par litre d'eau, pour les émulsionner.

Les blocs d'argile compacte ne doivent jamais être déposés au fond d'un bac d'eau où ils formeraient une couche pâteuse et visqueuse qui ne s'émulsionne que très lentement et qu'on ne peut mobiliser sans briser une partie des fossiles qu'elle contient. Il faut placer les blocs d'argile, après dessiccation complète, dans une passoire de plastique qu'on immerge

1. Prolabo.

dans un bac rempli d'une solution diluée de soude caustique, 5 à 10 ml pour un litre d'eau. La passoire est agitée doucement toutes les heures : l'argile s'émulsionne presque complètement. Le dépôt qui sédimente au fond du bac est formé par du sable fossilifère et un peu d'argile fluide qui sera facilement éliminée par lavage et tamisage. L'eau oxygénée s'est montrée moins efficace, peut-être parce que notre matériel contenait peu de matières organiques.

Élimination du sulfate de calcium

Certains argiles et sables argileux comme ceux de Reims et d'Épernay contiennent du sulfate de calcium hydraté (gypse — $CaSO_4 + 2\ H_2O$), qui constitue souvent les 4/5 du tamisage. Le gypse est faiblement soluble dans l'eau (1,8 g à 2 g par litre) ; on l'élimine par lavage. Une paléontologiste m'a dit qu'elle craignait que cette dissolution ne se fasse à l'échelle des temps géologiques. Ce serait presque vrai si on abandonnait le sable gypseux au fond d'un récipient rempli d'eau. Cette dissolution est heureusement beaucoup plus rapide quand un courant d'eau froide (le sulfate de calcium est le seul sel aussi soluble dans l'eau froide que dans l'eau chaude) traverse lentement le sable gypseux.

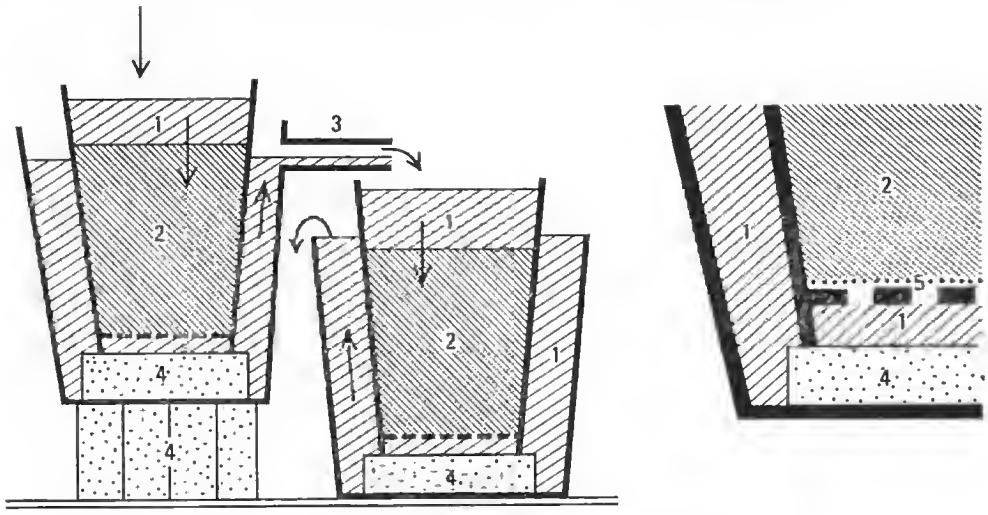


Fig. 3. — Montage en cascade avec quatre seaux en plastique pour dissolution du sulfate de calcium. 1, eau de lavage (les flèches indiquent la direction du courant) ; 2, sable fossilifère ; 3, tuyau d'écoulement ; 4, briques de calage.

Fig. 4. — Une partie agrandie de ce même montage montre le fond perforé du seau intérieur supportant (5) un morceau de tamis fin en nylon.

Les figures 3 et 4 montrent l'installation qu'il est facile de réaliser avec deux seaux de plastique placés l'un dans l'autre ou mieux encore le montage en cascade utilisant quatre seaux. L'eau s'écoule doucement d'une façon continue et le niveau du sable gypseux s'abaisse d'un à deux centimètres par jour pendant quatre à six jours. A ce moment, l'argile incluse dans les grains de gypse est libérée et rend le sable moins perméable.

On fait un lavage tamisage qui élimine des sables très fins en même temps que l'argile et on recommence. On reconnaît que le gypse est complètement dissous quand le niveau du sable cesse de s'abaisser. Dans le montage en cascade, la dissolution est plus rapide et plus complète dans le seau en amont que dans le seau en aval.

Élimination du carbonate de calcium

Le carbonate de calcium est représenté par des débris de coquilles, de petits fragments de roches calcaires ou des cristaux de calcite. Il est dissous dans des bains acides, comme les blocs de roches calcaires, mais l'attaque des petits fragments est beaucoup plus rapide, car leur surface totale est beaucoup plus grande. La dissolution des fragments de coquilles est particulièrement rapide.

On peut donc utiliser une solution acide usagée qui attaque lentement les blocs.

Il faut éviter de verser une quantité importante de débris calcaires (1 kg par exemple) au fond du bac de solution acide. La dissolution du calcaire est d'abord très rapide avec dégagement important de CO_2. Si la solution acide est peu usagée — donc riche en acétate de calcium — celui-ci peut cristalliser. Une croûte dure d'acétate de calcium et de matériel fossilifère se forme au fond du bac, ce qui brise une partie des fossiles. Si l'on évite cette cristallisation en acidifiant la solution, tout en contrôlant le pH, la dissolution du calcaire se ralentit progressivement. Après quelques jours, elle devient très lente, alors que l'argile qui était contenue dans le calcaire se dépose sur le matériel fossilifère du fond du bac.

La dissolution du calcaire est plus régulière et plus efficace si l'on place dans le bac de solution acide un égouttoir percé de petits trous. Le niveau du bain acide doit dépasser de plusieurs centimètres le bord supérieur de l'égouttoir pour assurer une bonne circulation du liquide. L'égouttoir est lesté par deux morceaux de plomb (un à chaque anse) afin que le dégagement des bulles de CO_2 ne le fasse pas basculer. On verse chaque jour dans cet égouttoir une partie des débris calcaires, 250 g par exemple. L'argile se dépose beaucoup plus au fond du bac que sur les fragments de calcaire qui restent dans l'égouttoir. On ajoute l'acide chlorhydrique matin et soir en surveillant le pH.

A des intervalles d'un à deux jours, on rince le contenu de l'égouttoir sous un robinet en recueillant au fond d'une bassine le matériel qui traverse l'égouttoir pour l'attaquer à nouveau. Les boues fossilifères déposées au fond des bacs sont lavées et tamisées 1 à 2 fois par semaine. Ces boues argileuses contiennent du sable siliceux, des petits fragments de calcaire et de coquilles, et parfois des cristaux d'acétate de calcium. Ces derniers sont peu nombreux quand la solution est assez acide (pH compris entre 3 et 5).

On est souvent gêné, comme à Cernay, par l'abondance de l'argile qui ralentit la dissolution du carbonate de calcium. On élimine cette argile quand on vidange les bacs pour recueillir les boues fossilifères. On verse d'abord lentement la solution peu argileuse qui va être utilisée immédiatement. On verse ensuite dans une cuvette de décantation un à deux litres de liquide trouble, beaucoup plus argileux, qui est situé au-dessus de la boue fossilifère. Cette argile qui n'est plus agitée par les bulles de CO_2 sédimente complètement en 24 ou 48 h et on récupère ainsi le reste de la solution acide.

On a intérêt à travailler avec plusieurs bacs et plusieurs égouttoirs. Souvent, comme dans les sables sparnaciens, les fragments de calcaire ont des solubilités très différentes

dans la solution acide : très rapide pour les fragments de coquilles, moyenne pour la calcite, très lente pour les calcaires argileux. On immerge d'abord le sable fossilifère vierge dans la solution la plus usagée qui contient moins d'acide acétique et plus de $CaCl_2$. Après dissolution des fragments calcaires les plus solubles, lavage et tamisage, on met le résidu moins soluble dans un bain moins usagé. On renouvelle ces manœuvres avec une solution acide encore moins usagée. On jette la solution très usagée quand elle n'attaque plus que lentement les débris de coquilles.

Il est préférable d'arrêter la dissolution du carbonate de calcium quand celui-ci est presque complètement dissous et que le dégagement de CO_2 devient très faible. On accepte de conserver une petite quantité de fragments de roche calcaire (1 à 2 % du résidu) pour ne pas dissoudre le carbonate de calcium contenu dans les os et les dents, ce qui les rendrait plus fragiles.

Élimination de la silice par les liquides lourds

Cette méthode est fondée sur la différence de densité entre la silice (densité de 2,5 à 2,6) et les fossiles (densité de 2,8 à 2,9). Le carbonate de calcium a également une densité de l'ordre de 2,8 à 2,9 ; les oxydes de fer et la barytine sont beaucoup plus lourds.

On utilise le bromoforme technique stabilisé par 1 % d'éthanol [1], moins cher et moins toxique que les autres liquides lourds dont la densité est 2,89. On obtient un liquide lourd d'une densité de 2,7 en ajoutant au bromoforme du benzène lourd comme le solvant naphta, moins volatil et moins toxique que le benzène. La densité du mélange est contrôlée avec un densimètre.

Le principe est simple : le sable fossilifère est mélangé au liquide lourd, la silice flotte, les fossiles et les minéraux lourds se déposent au fond.

Deux précautions sont indispensables :

1. Le matériel doit être parfaitement sec et le séchage doit être fait à chaud. La présence de petites quantités d'eau diminuerait la densité des fossiles. De plus, une petite quantité d'eau peut se dissoudre dans le bromoforme, et se fixer par la suite sur des fossiles secs, ce qui diminue leur densité.

2. L'air inclus dans les fossiles doit être expulsé. Il suffit d'une bulle d'air microscopique pour diminuer la densité des fossiles et les faire flotter. Le matériel fossilifère doit tremper au moins 24 h dans le liquide lourd pour que les dernières bulles d'air soient expulsées des petits fossiles. Les fossiles plus gros, d'un diamètre dépassant trois millimètres, conservent généralement un peu d'air et flottent sur le liquide lourd. Un tamisage préalable qui sépare le matériel plus gros, facile à trier, évite cet inconvénient.

On gagne du temps en travaillant avec deux bocaux. Dans un premier bocal d'imprégnation, le matériel fossilifère mélangé au liquide lourd reste 24 h au moins pour perdre l'air inclus. On frappe le bocal à plusieurs reprises, car les vibrations facilitent l'expulsion des bulles d'air. On verse ensuite dans le deuxième bocal de triage 1/3 du mélange liquide et matériel

1. Prolabo.

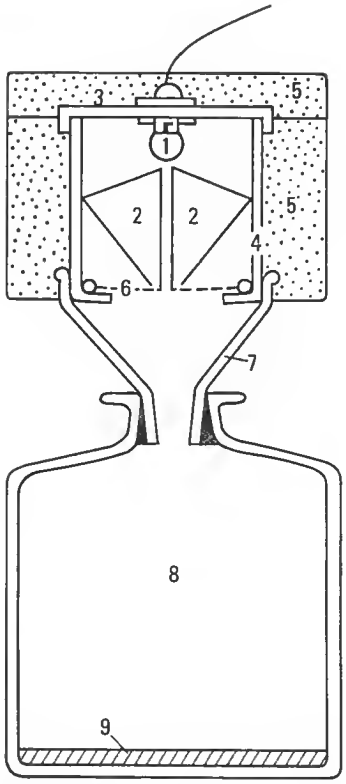


Fig. 5. — Appareil de récupération du liquide lourd.
1, ampoule électrique veilleuse, source de chaleur ; 2, filtres en toile de cuivre remplis du matériel imbibé de liquide lourd ; 3, couvercle étanche ; 4, boîte de plastique dont le fond est échancré d'une large fenêtre ; 5, enveloppe de coton pour l'isolement thermique ; 6, gaze de coton mince, perméable aux gaz, tendue sur un cadre ; 7, entonnoir de plastique à rebord vertical et à large tuyau ; 8, flacon de verre de plusieurs litres ; 9, liquide lourd récupéré.

fossilifère et 2/3 du liquide lourd. Il faut en effet un excès de liquide lourd qui sépare de cinq centimètres au moins la couche du matériel léger de celle du matériel lourd. On agite ensuite doucement ce bocal de triage, de préférence par une rotation assez lente, ce qu'on peut faire avec un vieux tourne-disques récupéré. La rotation du liquide lourd et des fossiles se fait bien si le bocal n'est pas cylindrique, mais quadrangulaire par exemple. On laisse ensuite le liquide au repos pendant cinq minutes et la séparation est complète. On écume la couche supérieure de matériel léger avec une petite écumoire faite avec un morceau de fil de cuivre terminé par un anneau fermé sur lequel est soudée une toile métallique de cuivre. On dépose le matériel prélevé sur un filtre placé dans un entonnoir au-dessus d'un flacon vide. L'écumoire ne permet pas de retirer complètement les fragments qui flottent et on vide doucement la partie supérieure du liquide sur le filtre. S'il reste encore des fragments à la surface, on rajoute du liquide lourd et on verse à nouveau. Les filtres

les plus commodes sont confectionnés avec la toile de cuivre fine vendue pour les carburateurs d'automobile. Ils sont plus rigides et filtrent plus rapidement que les filtres de papier.

Quand le filtre est rempli du matériel qui flotte, on recouvre l'entonnoir avec une soucoupe et on laisse égoutter cinq minutes. Ce filtre est placé avec son contenu dans l'appareil de récupération par distillation (fig. 5). On verse dans un deuxième filtre ce qui reste au fond du bocal de triage et on rince ce bocal avec un peu de liquide lourd, pour enlever les fragments restés au fond. On laisse égoutter cinq minutes sous couvercle, et on place ce deuxième filtre et son contenu dans l'appareil de récupération.

Dans les cas fréquents où le matériel léger à base de silice est plus abondant que le matériel lourd, on simplifie les manipulations en prélevant la plus grande partie de ce matériel léger avec la petite écumoire à la surface du bocal de triage, et on enlève un peu de liquide. On rajoute ensuite dans le bocal de triage du matériel provenant du bocal d'imprégnation, par exemple un tiers du volume de ce dernier. On renouvelle cette manœuvre plusieurs fois, avant de verser sur le ou les premiers filtres le reste du matériel léger : on verse ensuite sur le dernier filtre tout le matériel lourd du fond du bocal de triage.

Récupération des liquides lourds

La récupération du liquide lourd a un double avantage : économie et suppression presque totale des vapeurs irritantes et d'odeur désagréable. Ces vapeurs qui sont lourdes, se répandent souvent d'une façon imprévue dans les autres salles du bâtiment de recherche.

La récupération par égouttage sur entonnoirs de toile métallique est utile, mais elle reste insuffisante. Elle laisse subsister le liquide qui a pénétré dans le matériel et remplit par capillarité les intervalles entre les fragments.

Nous avons construit un appareil de récupération par distillation qui nous a donné d'excellents résultats (fig. 5). Les filtres remplis de matériel mouillé de liquide lourd sont placés dans un récipient chauffé à 80°C environ. Cette enceinte chaude est placée au-dessus d'un récipient de verre froid, à la température du laboratoire, où se condensent les vapeurs de liquide lourd. L'appareil est confectionné avec un entonnoir à rebord [1] et une boîte de plastique munie d'un couvercle dit à fermeture étanche [2]. Le fond de la boîte est entaillé d'une large fenêtre que recouvre un tulle de coton mince, perméable aux gaz. Le chauffage est assuré par une petite ampoule électrique veilleuse, et toute la partie chaude de l'appareil est enveloppée d'une couche épaisse de coton hydrophile maintenu par une enveloppe. L'étanchéité est assurée avec de l'araldite AV 138 et durcisseur HV 998 [3] qui colle fortement au verre sans adhérer au plastique, surtout si ce dernier est couvert d'une trace de graisse de silicone [4].

Les filtres remplis de matériel léger ou lourd sont placés dans la partie supérieure. Cet appareil permet de sécher en 24 h le matériel, fossilifère ou non, qui ne conservera qu'une

1. Soupledur.
2. L'Hermetic Mielex, 192 mm de diamètre.
3. Sodiema, 397, rue de Vaugirard, 75015 Paris.
4. Prolabo.

très faible quantité de bromoforme sous forme gazeuse. On l'éliminera en laissant les fossiles à l'extérieur pendant 24 h. La quantité de liquide lourd ainsi récupéré est de 5 à 10 ml par jour.

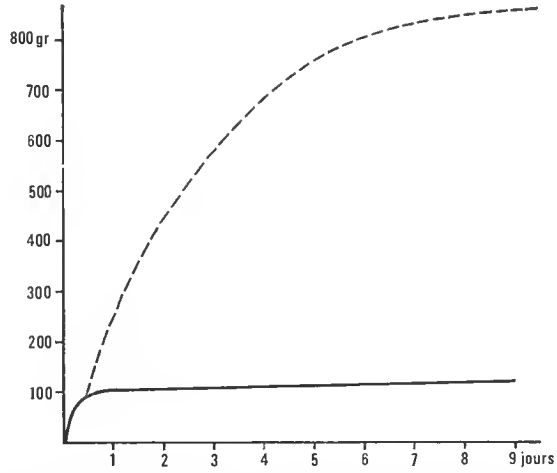


Fig. 6. — Quantité de carbonate de calcium en grammes dissoute dans un litre de solution pure à 15 % d'acide acétique (trait plein) ; après addition matin et soir à cette solution d'acide chlorhydrique du commerce à 34 % jusqu'à un pH de 3 (tiretés). Le volume total de la solution augmente par l'acide chlorhydrique ajouté et les sels de calcium dissous. Les temps sont exprimés en jours.

Séparation magnétique des oxydes de fer

Le plus fréquent des matériaux lourds est l'oxyde de fer hydraté — limonite — $2\ Fe_2O_3\ 3\ H_2O$, dont la densité est de 3,7.

Le triage magnétique est la seule façon pratique de l'éliminer. Les oxydes de fer comme la limonite sont faiblement magnétiques. Ils sont attirés par un électro-aimant si celui-ci est très puissant. Le séparateur magnétique de Frantz (Frantz isodynamic separator), utilisé par les minéralogistes, ne s'applique qu'à des petites quantités de matériel (quelques dizaines de grammes) dont le diamètre est inférieur à un demi-millimètre. Son intérêt en paléontologie est donc très limité.

La meilleure solution est le séparateur magnétique à roues dentées. Cet appareil industriel est prévu pour trier de grosses quantités de minerais (plusieurs tonnes à l'heure). Il faut séparer par un tamisage préalable les particules dont le diamètre est supérieur à 1,4 mm de celles dont le diamètre est inférieur à 1,4 mm. Elles seront triées séparément. Nous sommes reconnaissants à l'Institut de valorisation des minerais de Nancy d'avoir bien voulu procéder à des essais de triage. Nous avons constaté que l'appareil élimine complètement la limonite, mais qu'une partie des fossiles est entraînée avec elle. Il faut donc faire un deuxième passage de la limonite déjà triée dans l'appareil, pour récupérer les fossiles.

L'appareil industriel est puissant et brutal, il casse une partie des fossiles fragiles.

Il y a intérêt à ajouter au mélange de fossiles et de limonite un corps non magnétique qui accompagnera les fossiles dans le séparateur, qui soit assez tendre et assez fin pour atténuer les chocs et qu'on éliminera facilement par la suite. Le sucre en poudre, en quantité dix à vingt fois supérieure à celle des fossiles, donne d'excellents résultats. Il sera éliminé facilement par tamisage. En cas de mouillage accidentel, on l'éliminerait par lavage.

Impossibilité d'éliminer le phosphate tricalcique. Il n'est évidemment pas possible de séparer les os et dents fossiles des débris d'os ni des fragments concrétionnés de phosphate tricalcique (phosphorites) puisqu'ils ont la même composition chimique. Pour faciliter le triage, il faut éviter la fragmentation des os fossiles sans intérêt. L'imprégnation par le silicate de soude dilué, l'imprégnation rapide par la solution de plexigum des os spongieux diminuent cette fragmentation.

Indications des méthodes de triage et contrôle de leur efficacité

L'examen d'un échantillon de sable fossilifère au moyen d'une forte loupe avant chaque stade d'élimination indique la nature et l'abondance des substances à éliminer (Cailleux et Charan). Si la quantité de silice ou de limonite est faible (par exemple 10 ou 20 %), on renonce à employer les liquides lourds ou le triage magnétique qui prendraient plus de temps que le triage visuel.

On vérifie que les substances triées qui vont être jetées ne contiennent pas de fossiles. On regarde si les fossiles présentent des cassures non usées qui peuvent s'être produites au moment du dépôt des sables fossilifères ou de leur tassement ultérieur. Elles peuvent également être causées par le prélèvement, le transport, le tamisage et les méthodes de triage elles-mêmes. Les grains de limonite assez fragiles permettent un contrôle. Si on tamise à sec le matériel fossilifère avec le même tamis aux différents stades d'élimination, les débris de limonite et les débris de fossiles qui traversent le tamis au 2e tamisage ont été brisés entre le 1er et le 2e tamisage.

Résultats

L'élimination des éléments non fossilifères réduit de 99 % ou de 99,5 % le volume du matériel à trier. Elle permet de découvrir des fossiles très petits qui étaient noyés dans une masse considérable de sable fin. Elle est précieuse lorsqu'une partie du matériel inerte a la même couleur et le même aspect que les fossiles, comme les petits fragments de silex noir de Condé-en-Brie. Le triage par la vue n'est pas seulement fatigant et monotone, il est trompeur, car l'œil ne voit que ce qu'il connaît déjà.

Conseils pratiques

Gants de caoutchouc remontant sur l'avant-bras ; les plus pratiques sont ceux dont l'intérieur est doublé de fibres de coton. Vérifier qu'ils ne sont pas percés.

Les cuvettes de plastique doivent avoir une solidité donc une épaisseur suffisante pour leur capacité. Les anses ne doivent pas dépasser le bord supérieur (couvercle). Les bacs sont recouverts d'une plaque de verre demi-double pour réduire les vapeurs acides. La bonbonne d'acide chlorhydrique du commerce est conservée à l'extérieur chaque fois que c'est possible. Elle ne risque pas de geler et on remplit à l'extérieur les litres qui seront utilisés.

Un local spécial qu'on peut aérer et dont on peut laver le sol est réservé aux manipulations acides.

Les vapeurs acides, surtout dans les locaux humides, rouillent le fer, et cette corrosion se poursuit automatiquement une fois déclenchée. Il faut badigeonner tous les tuyaux ou pièces de fer avec une peinture anti-rouille ou plus simplement avec de l'huile fluide pour machines.

Les meubles sont recouverts d'une feuille épaisse de polyvinyle qui résiste bien aux produits chimiques (sauf aux liquides lourds) et aux chocs.

L'acide chlorhydrique est funeste au nylon ; des gouttelettes même microscopiques font immédiatement des trous dans chaussettes, bas, vêtements en nylon.

Les sels de calcium font des taches solubles à l'eau. Le silicate de soude fait des taches incomplètement solubles dans l'eau et qui résistent à tous les autres solvants. Les pantoufles de caoutchouc, les chaussettes et les blouses de coton sont ce qui résiste le mieux.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Cailleux et Charan, 1963. — Détermination pratique des minéraux. Paris, Sedes.

Kummel, B., et D. Raup, 1965. — Handbook of paleontological techniques. London, Freeman.

Rixon, A. E., 1949. — The use of acetic and formic acids in the preparation of fossil vertebrates. *Museums J.*, London, **49** : 116.

Toombs, M. A., 1948. — The use of acetic acid in the development of vertebrate fossils. *Museums J.*, London, **48** : 54, pl. 7.

— 1959. — The use of acids in the preparation of vertebrate fossils. *Curator*, **2** : 304-312.

Toombs, M. A., and A. E. Rixon, 1950. — The use of plastics in the transfer method of preparing fossils. *Museums J.*, London, **50** : 105-107.

Manuscrit déposé le 29 mars 1973.

Bull. Mus. natn. Hist. nat., Paris, 3e sér., nº 176, juillet-août 1973, Sciences de la Terre 30 : 141-166.

Achevé d'imprimer le 30 mars 1974.

IMPRIMERIE NATIONALE

3 564 004 5

Recommandations aux auteurs

Les articles à publier doivent être adressés directement au Secrétariat du *Bulletin du Muséum national d'Histoire naturelle*, 57, rue Cuvier, 75005 Paris. Ils seront accompagnés d'un résumé en une ou plusieurs langues. L'adresse du Laboratoire dans lequel le travail a été effectué figurera sur la première page, en note infrapaginale.

Le *texte* doit être dactylographié à double interligne, avec une marge suffisante, recto seulement. Pas de mots en majuscules, pas de soulignages (à l'exception des noms de genres et d'espèces soulignés d'un trait).

Il convient de numéroter les *tableaux* et de leur donner un titre ; les tableaux compliqués devront être préparés de façon à pouvoir être clichés comme une figure.

Les *références bibliographiques* apparaîtront selon les modèles suivants :

Bauchot, M.-L., J. Daget, J.-C. Hureau et Th. Monod, 1970. — Le problème des « auteurs secondaires » en taxionomie. *Bull. Mus. Hist. nat., Paris*, 2e sér., 42 (2) : 301-304.

Tinbergen, N., 1952. — The study of instinct. Oxford, Clarendon Press, 228 p.

Les *dessins* et *cartes* doivent être faits sur bristol blanc ou calque, à l'encre de chine. Envoyer les originaux. Les *photographies* seront le plus nettes possible, sur papier brillant, et normalement contrastées. L'emplacement des figures sera indiqué dans la marge et les légendes seront regroupées à la fin du texte, sur un feuillet séparé.

Un auteur ne pourra publier plus de 100 pages imprimées par an dans le *Bulletin*, en une ou plusieurs fois.

Une seule épreuve sera envoyée à l'auteur qui devra la retourner dans les quatre jours au Secrétariat, avec son manuscrit. Les « corrections d'auteurs » (modifications ou additions de texte) trop nombreuses, et non justifiées par une information de dernière heure, pourront être facturées aux auteurs.

Ceux-ci recevront gratuitement 50 exemplaires imprimés de leur travail. Ils pourront obtenir à leur frais des fascicules supplémentaires en s'adressant à la Bibliothèque centrale du Muséum : 38, rue Geoffroy-Saint-Hilaire, 75005 Paris.

MUSEUM
NATIONAL
D'HIST.NAT.